



2745 93

Memoria Descriptiva

para

una patente de INVENCION, por 20 años,

a favor de

r.s. Inventa A.G. für Forschung und Patent-
verwertung.

-sociedad suiza-

residente en

Zürich 22 -suiza- Tiefenhöfe, 10

por:

-Procedimiento para la preparación de ácido de

ω -aminodecano.-

Inventores: (Clau Berther - suizo -
Johann Giesen -alemán -

Prioridad: Sol.pte.Suiza No. 4839/61 del día 25 Abril 1961.



2745 93

Es conocido que el ácido de ω -aminodecano puede ser policondensado en poliamida-10. Esta poliamida muestra excelentes propiedades y puede utilizarse tanto para la fabricación de textiles como también de artículos de plástico.

5 Existen diferentes métodos para preparar el material de partida, el ácido de ω -aminodecano. Así puede obtenerse el mismo por hidratación de ácido de ω -cianpelargón. En general, sin embargo, es difícil hidratar ácidos ciancarbónicos directamente para convertirles en los correspondientes amino-
10 ácidos. Por lo tanto ya se ha propuesto cultivar ácidos ciancarbónicos sobre cambiadores de iones básicos efectuando la hidratación inmediatamente en el cambiador (Patente Federal Alemana 1.020.028).

15 Según Ruggli, Helv. chim. Acta 25, 35 (1942) es además posible hidratar los ácidos ciancarbónicos, especialmente empero el ácido cianacético, en forma de las sales potásicas.

También puede prepararse ácido de ω -aminodecano según el método de Ruggli. Sin embargo, en ello se presentan
20 dificultades decisivas. Para la elaboración normalmente la sal potásica del ácido ω -aminodecano obtenida se neutraliza por un ácido fuerte aproximadamente a pH 7 y así se libera el aminoácido difícilmente soluble en agua. Se precipita en ello en cristales tan finos, que también después de enérgica aspira-
25 ción al vacío y prensado posterior mediante una prensa adecuada.



1972

2745 93

da, incluye tanta lejía madre, que el producto obtenido no está libre de sales inorgánicas existentes simultáneamente. Sin embargo, es una condición previa un aminoácido puro para una subsiguiente policondensación o postcondensación. Tempo -
5 co por intenso lavado posterior con agua pueden extraerse por lavado las sales existentes. El efecto descrito es tan fuerte, que el producto tiene que ser recristalizado varias veces, para obtener un aminoácido suficientemente puro, lo que está unido a correspondientes pérdidas.

10 Si se hidrata la sal potásica del ácido de cianpelargón en metanol es posible trabajar en concentraciones de 15% y más. Peculiarmente la hidratación de las sales só-
dicas de los ácidos ciancarbónicos no se describe en la li-
15 teratura. Esto tiene su origen en que las mismas no pueden disolverse en suficiente concentración en el disolvente. Si se quiere trabajar con concentraciones que todavía son inte-
resantes para un procedimiento técnicamente utilizable, como en el caso de la sal potásica, entonces el producto solo se disuelve en parte en metanol.

20 Se ha hallado ahora que puede prepararse ácido de ω -aminodecano por hidratación catalítica de ácido de ω -cian-
perlargón, hidratándose el ácido de ω -cianpelargón en forma de la sal sódica a temperatura elevada y presión elevada en
solución y en presencia de catalizadores de hidratación, y, a
25 partir de la sal sódica obtenida del ácido de ω -aminodecano,



274593

se libera el aminoácido por neutralización mediante ácido mineral fuerte.

Otra ventaja del procedimiento consiste en que las sales sódicas obtenidas en ello, como por ejemplo Na_2SO_4 y NaCl son bastante mejor solubles en agua que las correspondientes sales potásicas y por ello pueden extraerse por lavado mucho más fácilmente.

La ejecución del procedimiento se efectúa ventajosamente de tal modo que la sal sódica se forma directamente en una solución de metanol, agregando la cantidad calculada de metilato sódico a una solución de ácido ω -ciancarbónico en metanol. La formación de metilato sódico también se efectúa más fácilmente que la fabricación de metilato potásico, porque esta reacción puede mantenerse mejor bajo control. La concentración del ω -ciansodiopelargonato se elegirá más ventajosamente de tal modo que se obtenga teóricamente una solución de 10 - 20 vol.% de sal sódica.

Como disolventes pueden utilizarse los alcoholes inferiores como metanol o etanol. En ello se precipita una gran parte del cianpelargonato sódico en parte. Ahora se agrega 2 - 7% de un catalizador de hidratación y se hidrata en un autoclave adecuado en presencia de amoníaco, a 90 - 120° y 100 atmósferas de sobrepresión de hidrógeno. Como catalizadores son adecuados todos los contactos conocidos para la reducción de grupos de nitrilo, como níquel de Raney, cobalto de Raney, ní -



745 93

5 quel o cobalto sobre soportes, por ejemplo sobre óxido de aluminio, Después de 2 - 5 horas ha terminado en general la reacción. La mezcla de reacción todavía se filtra en caliente, se evapora y el residuo se recibe en agua caliente. Se filtra otra vez y se precipita el ácido de ω -aminodecano con ácido clorhídrico o sulfúrico.

El ejemplo siguiente deberá aclarar más detalladamente el procedimiento:

Ejemplo:

10 50 partes de peso de ácido de ω -cianpelargón en 150 partes de volumen de alcohol metílico se agregan a una solución de 150 partes de volumen de metanol y 14,75 partes de peso de metilato sódico agitando bien. La mezcla de reacción obtenida se mezcla con 3 partes de peso de níquel de Raney y
15 se hidrata en un autoclave de 1000 partes de volumen de contenido con adición de 20 partes de peso de amoníaco a 100 atmósferas de sobrepresión de hidrógeno y 100°C. Después de aproximadamente 2 horas de tiempo de reacción se ha absorbido la cantidad de hidrógeno teóricamente calculada. El autoclave se
20 enfría, la mezcla de reacción todavía se filtra en caliente y se lava posteriormente con metanol. El disolvente se separa por destilación en su mayor parte y el residuo todavía húmedo se recibe en aproximadamente 600 partes de volumen de agua. Se calienta hasta la ebullición, se filtra otra vez y se neutraliza
25 la solución acuosa al calor con ácido sulfúrico aproximadamente



274593

a pH 7. Al enfriar se precipita el ácido de ω -aminodecano. Después se filtra, se lava posteriormente varias veces con agua y la torta de filtrado se estruja en una prensa adecuada. El residuo se recristaliza seguidamente a partir de etanol acuoso al 80%. Se obtiene 38,3 partes de peso de ácido de ω -aminodecano puro con el punto de fusión 184-185°C, en el que no pudieron hallarse ninguna clase de sales inorgánicas. A partir de la lejía madre alcohólica y acuosa puede obtenerse todavía 4 - 6 partes de peso de aminoácido, de modo que se alcanza un rendimiento total de 82-86%.

5

10



2745 93

N O T A

Este registro consta de las siguientes reivindicaciones;

5 1.- Procedimiento para la preparación de ácido de ω -aminodecano por hidratación catalítica de ácido de ω -cianpelargón, caracterizado porque se hidrata ácido de ω -cianpelargón en forma de la sal sódica a temperatura elevada y presión elevada en solución y en presencia de catalizadores de hidratación y, a partir de la sal sódica obtenida del ácido de ω -aminodecano, se libera el aminoácido por neutralización mediante fuerte ácido mineral.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como disolvente se utiliza metanol.

15 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como disolvente se utiliza etanol.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se prepara la sal sódica directamente en solución metanólica a partir de ácido de ω -cianpelargón y metilato sódico.

20 5.- Procedimiento para la preparación de ácido de ω -aminodecano.

Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

25 La cual consta de 7 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 14 Febrero 1962.

GUILLERMO ROEB

P.º

Bat.-